

DIRECTLY COMPRESSIBLE POWDERY COMPOSITION AND METHOD FOR OBTAINING SAME

Publication number: JP4287650 (A)

Publication date: 1992-10-13

Inventor(s): MISHIERU SERUPURONI; ARAN KUROAJIE +

Applicant(s): ROQUETTE FRERES +

Classification:

- **international:** A23G3/34; A23G4/00; A23G4/10; A23L1/09; A23L1/236; A61K9/20; A23G3/34; A23G4/00; A23G4/06; A23L1/09; A23L1/236; A61K9/20; (IPC1-7): A23G3/30; A23L1/09

- **European:** A23G4/10; A61K9/20H4B; A23G3/34E

Application number: JP19910332263 19911216

Priority number(s): FR19900015708 19901214

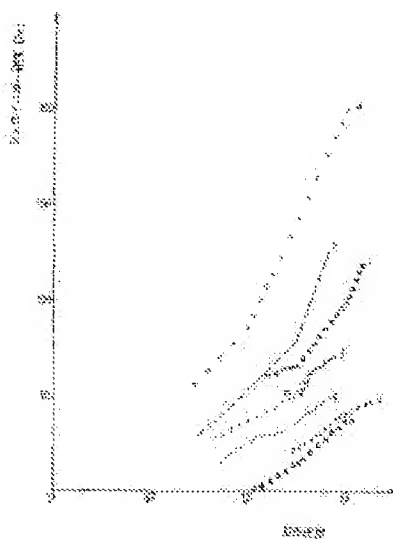
Also published as:

EP0490768 (A1)
EP0490768 (B1)
ZA9109842 (A)
US5385749 (A)
NO179506 (B)

more >>

Abstract of JP 4287650 (A)

PURPOSE: To obtain a directly compressible xylitol-contg. powdery compsn. having improved compressibility and flowability as compared with the conventional compsn. **CONSTITUTION:** This directly compressible xylitol-contg. powdery compsn. is obt'd. by regulating the compressibility of a xylitol-contg. powdery compsn. so as to attain $\geq 70\text{N}$, preferably $\geq 80\text{N}$ rate of compression by a specified measuring method by which power represented by newton unit is measured.



Data supplied from the **espacenet** database — Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-287650

(43) 公開日 平成4年(1992)10月13日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 2 3 L 1/09		2121-4B		
// A 2 3 G 3/30		9161-4B		
		7823-4B	A 2 3 L 1/236	A

審査請求 未請求 請求項の数10(全 10 頁)

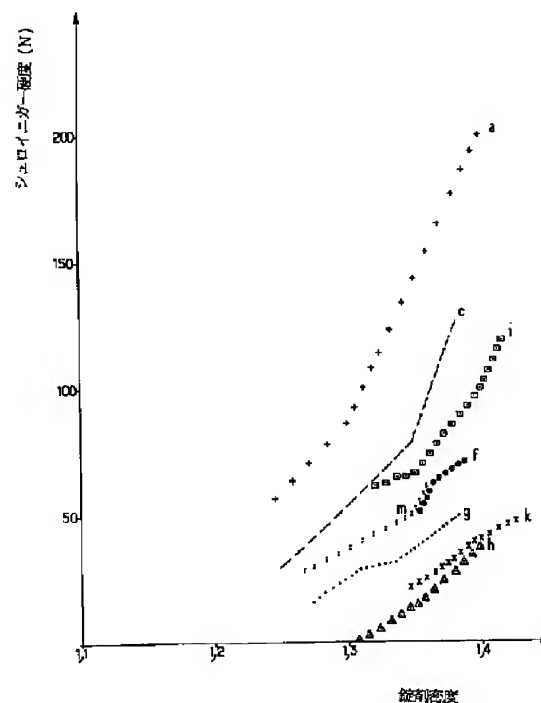
(21) 出願番号	特願平3-332263	(71) 出願人	591169401 ロケット フレール ROQUETTE FRERES フランス国 62136 レストレム (番地なし)
(22) 出願日	平成3年(1991)12月16日	(72) 発明者	ミシエル セルプロニ フランス国 62660 ビユウヴリ レ ブ チユウヌ ウ ナショナル 155
(31) 優先権主張番号	9 0 1 5 7 0 8	(72) 発明者	アラン クロアジェ フランス国 62400 ロコン リユウ デ ユウ アラージュ 20
(32) 優先日	1990年12月14日	(74) 代理人	弁理士 若林 忠
(33) 優先権主張国	フランス (F R)		

(54) 【発明の名称】 直接圧縮できる粉末組成物及びこれを得るための方法

(57) 【要約】

【目的】 従来と比較して圧縮性及び流動性の改善された直接圧縮可能なキシリトール含有粉末組成物を提供すること。

【構成】 組成物の圧縮性をニュートン単位で表わす力を測定することによる特定の測定法での圧縮率が、7 0 N以上、好しくは8 0 N以上となるように調整された直接圧縮可能なキシリトール含有粉末組成物。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 キシリトールに基づく直接圧縮できる粉末組成物において、これが試験法Aにより求めて70N以上、好ましくは80N以上の圧縮率を有することを特徴とする、上記組成物。

【請求項2】 キシリトールの割合が60重量%に等しいか又はそれ以上、そして好ましくは80重量%又はそれ以上である、請求項1の組成物。

【請求項3】 糖類、オリゴ糖類、及び多糖類並びにそれらの対応する水素化合物より選ばれた少なくとも1種類の添加物を含む、請求項1又は2の組成物。 10

【請求項4】 添加物が糖質、グルコースシロップ、マルトデキストリン及びそれらの水素化誘導体から選ばれる、請求項3の組成物。

【請求項5】 添加物がソルビトール、マニトール、マルチトール及びマルトデキストリンよりなる群から選ばれる、請求項4の組成物。

【請求項6】 請求項1ないし5のいずれか1つの直接圧縮できる粉末組成物を製造するに当たり、実質的に、すなわち60%に等しいか又はそれ以上、好ましくは80%に等しいか又はそれ以上の量で存在するキシリトール及び少なくとも1つの添加物よりなる出発物質を、熱処理帯域及び少なくとも1つの押出しダイスを含む装置で押出し処理し、その際この出発物質の上記装置への供給量及び押出し処理の各パラメータ、すなわち熱処理帯域内の温度、押出しダイスの直径及び熱処理帯域内の出発物質の移送速度が、そのキシリトール／添加物の混合物がダイス出口のところでこのものから排出されるに先立って部分的に溶融するように選ばれることを特徴とする方法。 20

【請求項7】 上記装置が少なくとも1つの押出しダイスを含むダブルスクリュウ型であり、そしてその押出し処理の各パラメータはその出発物質がダイスの内部でこのものから排出するに先立って75℃から110℃までの温度になるように選ばれる、請求項6の方法。

【請求項8】 粉末組成物がソルビトールよりなる添加物を含み、そして出発物質の温度がダイスの内部でこのものから排出するに先立って好ましくは80ないし105℃である、請求項6及び7の1方の方法。

【請求項9】 請求項1ないし5のいずれか1つの粉末状組成物を錠剤又は菓子製品、特にチューインガム型のそれにおける甘味付与充填材として使用する方法。 40

【請求項10】 甘味付与充填材が少なくとも部分的に、請求項1ないし5のいずれか1つの粉末組成物よりなる、錠剤又は菓子製品、特にチューインガム型の菓子製品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は新規な工業製品として、キシリトールに基づく直接圧縮することのできる粉末組 50

成物に関する。

【0002】 本発明はまたこの粉末組成物を製造する方法をも対象とするものである。

【0003】 さらにまた本発明はこの粉末組成物を錠剤及びチューインガム型の菓子製品における甘味付与充填材として使用する方法にも関する。

【0004】

【従来の技術】 多価アルコール性糖質の1つであるキシリトールは白色無臭で水に可溶性の甘味のある結晶性生成物である。このものは結晶形において負の溶解熱を有し、それによって口中で快い爽やかな、又は冷たい味覚効果を与える。この性質は薬剤又は食品の錠剤において特に有利である。

【0005】 キシリトールはその冷たい味覚効果に加えて興味ある甘味付与能力を有する。もし蔗糖を照合物として用いてその甘味値を1とするならば、キシリトールはほぼ同じ甘味値を有するが、一方、通常用いられるポリオール類、例えばソルビトールやマンニトールのそれはそれぞれ0.60及び0.45である。

【0006】 食品工業及び調剤において既に用いられている他のアルコール糖質と同様に、キシリトールは糖尿病患者のための有利な蔗糖代替物の1つである。

【0007】 しかしながらキシリトールは歯の衛生に対して興味ある性質を有し、この点においてこれは他の公知のポリオール類と異なるものである。このものは実際に非カリオゲン性であり、すなわちこのものは口腔内に存在する種々のバクテリアに対して基質として役立ち得ないばかりでなく、齲蝕の防止において或る役割をも演ずる。

【0008】 すなわちキシリトールの使用はいくつかの理由から錠剤の製造における結合剤及び稀釈材として評価される。

【0009】 或る種の粉末がその性質によって圧縮困難であることはよく知られている。これが不幸にして結晶化された粉末状キシリトールについて該当し、従ってこのものは十分な固さの錠剤として得ることができない。このものの圧縮性の限度は比較的強く、従ってこれはキャッピング、すなわちタブレットが直径方向の面で裂ける現象の発現に荷担し、これがその凝集を阻害する。このような錠剤は非常に碎けやすく、高度試験の際、又はプレス型から取り出すときにさえ2つ以上の多くの部分に分裂する傾向を有する。

【0010】 粉末に圧縮許容性を与えるための公知の技術の1つは加湿造粒法である。これは高経費を要し、かつ実施が比較的複雑な方法であって、結合剤として澱粉、セルローズ又はゼラチンのような補助的添加物が用いられる。キシリトールについては、このものが吸湿性を有しかつ水に対して極めて高い溶解度を有するために湿潤した水性の条件のもとで造粒するのが極めて困難であることはよく知られている。従ってポリエチレングリ

コールやエタノールのような非水性溶媒を使用することが必要であるけれども、これは経済性及び毒性の観点から水と同じ利点を有するものではない。その上にこの方法で作られたキシリトール粒状化物の圧縮性は良好ではない〔*Acta Pharmaceutica, Fennica*, 87, 61 - 73 (1978) 及び同91, 48 (1982) 参照〕。

【0011】粉末の前処理を行わない、いわゆる直接圧縮技術は従って製薬工業及び食品工業について、特に経済的観点において最も有利な方法として留まる。

【0012】キシリトールを直接圧縮可能にしようとする場合にまず最初結晶化した粉末状キシリトールを例えば微結晶性セルローズのような公知の別な結合剤と混合することが提案された〔*Acta Pharmaceutica, Fennica*, 91, 47 - 54 (1982)〕。この化合物が不溶性であって食品工業において用いられる最も一般的な形の錠剤である、舐め溶かし型の錠剤に使用することが困難であるという事実はさておいて、微結晶性セルローズがキシリトールの重量に対して 10 ないし 50 重量%の割合で存在しているということに注意すべきである。従ってこのものは結晶性キシリトールの例えば甘味付与能力、冷たい味覚効果及び快い味覚のような特定の有利な性質の発現を隠蔽する傾向を有する。これは明らかに、圧縮された結晶性キシリトールの使用の興味を低下させるものである。その上に、微結晶性セルローズを使用することの経済的影響はこのものが比較的高価な添加物であるために無視することができない。最後に、結合剤の存在は圧縮製品、中でも医薬目的のための圧縮製品の製造業者によつてはあまり好まれないものである。

【0013】フランス特許出願第 2, 336, 123 号においてキシリトールがその錠剤の重量に対して 10 ないし 80 重量%の量で、そして或るポリオールが 10 ないし 80 重量%の量で含まれている乾燥混合物から噛んで味わうための錠剤を製造することも提案されている。このポリオールはソルビトール、マニトール又はこれら2つの混合物であることができる。上記特許出願の記載から、そのポリオールの量はキシリトールの重量の少なくとも 50 重量%であるものようである。従ってこの後者は圧縮されるべき粉末の主成分と認めることはできない。このような条件のもとではキシリトールの全ての有利な性質から最適の利益を得ることはできない。

【0014】ヨーロッパ特許出願第 305, 356 号は直接圧縮に適した粒状化製品を製造する方法を記述している。この方法においてはキシリトールであってもよい粉末状生成物を攪拌条件のもとで溶融状態におけるこの生成物よりなる液体と接触させ、そして得られた混合物を次に急速に冷却する。

【0015】この最後にあげた操作のためにその得られた生成物は無視できない割合まで無定形で存在する。これはいくつかの欠点、中でも冷たい味覚効果の損失、高い吸湿性、また従ってその粉末が固結する傾向及び低い

圧縮性等をもたらし得る。この方法が実施するのに比較的複雑であることも認められるであろう。その上にその得られた粒状生成物は碎け易さが劣っていて、通常の結晶化キシリトールを用いて得られた錠剤に比して圧縮性、特に硬さを有する錠剤の製造に用い得ないということが実証されている。

【0016】ソルビトールシロップによって激しい攪拌のもとに非常に微細に結晶化したキシリトール粉末を凝塊化させる方法において、ヨーロッパ特許第 329, 977 号の出願人は直接圧縮のために用いることのできる結合剤及び稀釈材を提案しているが、その粒状化物は約 0.1 ないし 1 mm の粒度を有し、そして 95 ないし 98 重量%のキシリトール、1 ないし 5 重量%のソルビトール、1 ないし 2 重量%の他のポリオール及び 1 重量%よりも少ない水を含んでいる。このものは見かけ比重（嵩比重）0.7 ないし 0.8 g/cm³ を有する。

【0017】微細な粒度を得るためのキシリトールの予備粉碎、低い固型分含量を有するソルビトールシロップによる凝塊化及びその粉末の最終乾燥は所望の単純性を有する方法をもたらさず、そしてこれらの過程は運転費用を上昇させる追加的な工程を構成する。

【0018】加えて、この結合材及び稀釈材を用いて作られた錠剤の硬度について得られた結果は満足なものではないことが見出されている。

【0019】

【発明が解決しようとする課題】このようなことが見出されたことやこの技術分野において知られている他の種々の方法の全ての欠点の考慮に基づいて、出願人はキシリトールに基づく、すなわち主としてこのポリオールよりなる、しかも現在存在するキシリトール含有粉末状製品と比較して圧縮性及び流動性の改善された性質を有する直接圧縮用の粉末組成物を提供することを追求した。

【0020】

【課題を解決するための手段】多数の研究及び試験の結果として本出願人はキシリトールに基づく、試験法Aにより測定して 70 N以上、そして好ましくは 80 N以上の圧縮性によって特徴づけられる直接圧縮可能な粉末状組成物を調製することに成功した。

【0021】この圧縮性の値は驚くべきものであり、そして今日まで知られているキシリトールに基づく組成物について得られた値に対して予期外に大いに優れている。

【0022】この組成物中のキシリトールの割合は、好ましくは 60 重量%に等しいか又はそれ以上であり、そしてより好ましくは 80 重量%に等しいか又はそれ以上である。

【0023】試験法Aは試験に供した組成物の圧縮性をニュートンの単位で表わす力を測定することよりなり、これは上記組成物から作られたタブレットを破壊するのに必要な力、すなわちそのタブレットの塊の内部に破断

線が出現するのをもたらすための力であり、従ってこの力は、直径 13 mm、厚さ 4 mm、重量 0.717 g の両平坦面を有する円筒形のタブレット、すなわち見かけ容積重量又は密度が 1.35g/ml のタブレットの破壊に対する抵抗力に相当し、その際上記の力は可動の支持片によってそのタブレットの外周面に対してタブレットの回転軸の方向に加えられ、その際上記面に対して母線に沿うスラストが加わる。この試験の間にタブレットは、上記可動の支持片が適用されている母線に対して直径上で向かい合った母線に沿ってタブレットの外周面に対して同様適用されている固定の支持片に対して保持される。

【0024】これらのタブレットは2重量%の滑材、すなわちステアリン酸マグネシウムをその試験されるべき組成物に加えて作られる。

【0025】これら2つの生成物を TURBULA T2C ミキサ（スイス国、WILLY A. BACHOFENAG 社より市販されている）により1分間当たり42回転の駆動速度で5分間互いに均一に混合する。

【0026】得られた混合物を圧縮するために形式 AM の FROGERAIS 往復動プレスを用いる。このプレス機械には平坦面を有する直径 13 mm のいくつかの円形ポンチが設けられている。

【0027】上述したタブレットの特性を得るために、このプレス機械を調節して上側ポンチの圧入量及びその母型の充填量をコントロールし、その際後者の操作は粉末混合物の所望の重量、すなわちこの場合は 0.717 g を設定するように用いる。

【0028】このタブレットの粉碎に対する抵抗力は SCHLEUNIGER 2E ジュロメータ（フランス国において FROGERAIS 社により市販されている）を用いて測定される。

【0029】本発明に従う組成物は糖類、オリゴ糖類及び多糖類、並びにそれらの対応する水素化化合物、すなわちヒドロキシル基及びアルデヒド、ケトン又は酸官能基を有する炭素鎖の存在によって特徴づけられる有機分子から選ばれた少なくとも1つの添加物を含む。

【0030】選ばれる添加物は好ましくはアルドース又はケトースのような糖質及びそれらの水素化誘導体、例えばソルビトール、マンニトール又はマルチトール、及び多糖類、特にデキストロース当量が20以下のマルトデキストリンのようなグルコースのポリマー又はグルコースシロップ及びそれらの水素化誘導体である。

【0031】本発明の有利な態様の1つによれば、添加物は、必ずしも限定されるものではないけれども、ソルビトール、マルチトール、マンニトール、マルチデキストリンのような化合物から選ばれる。本発明の好ましい実施例の一つにおいて、その選ばれる添加物はソルビトールである。

【0032】本発明がキシリトールの他にただ1種類の添加物しか用いないことのみに限定されるものではなく

て、性質の異なったいくつかの添加物を含む全ての組成物が含まれることは言うまでもない。

【0033】本発明はまた上記キシリトールに基づく粉末状組成物を製造する方法にも関する。

【0034】この方法によれば、実質的に、すなわち 60 %に等しいか又はそれ以上、好ましくは 80 %に等しいか又はそれ以上の量のキシリトールと、少なくとも1つの添加物とよりなる出発物質を、熱処理帯域と少なくとも1つの押出しダイスとを含む押出し装置の中で押出し処理し、その際キシリトール及び添加物のこの装置への供給量及び押出し処理のための各パラメータ、すなわち熱処理帯域の内部温度、押出しダイスの直径及び出発物質の加熱帯域内における移送速度は、そのキシリトールと添加物との混合物がダイスの出口のところでこれから排出されるに先立って部分的に溶融するように選ばれる。

【0035】本発明に従うキシリトールに基づく粉末組成物はまた本発明に従う方法によって得ることのできる粉末組成物としても定義される。

【0036】上述の説明は、少なくとも1つの押出しダイスを有するダブルスクリュウ型のものであり、そして押出し処理の各パラメータは、その出発物質の温度が、この方法に用いられる添加剤の種類と量とに依存するが、ダイスの内部でこのダイスから排出されるに先立って 75 ないし 110℃となるように選ばれる。

【0037】この温度はキシリトールの融点が 92 °C の範囲であることを知っている当業者によって容易に決定することができ、そしてその溶融した出発物質の割合は、その押出し機出口のところで得られる生成物がこの方法の次の過程を容易にかつ迅速に実施できるような粘度を有するように、好ましくは 30 ないし 90 %、より好ましくは 50 %から 80 %までである。

【0038】その粉末状組成物が単一の添加物を含み、そしてこれがソルビトールであるときは、その出発物質の温度はダイスの内部でかつダイスの出口の手前で好ましくは 80 °Cないし 105℃である。

【0039】その単一の添加物がマンニトールであるときは上記の温度は好ましくは 80 °Cから 100℃までである。

【0040】有利にはその押し出されるべき出発物質を構成するキシリトールと添加物とは粉末の形態であり、そして結晶化されていてもされていなくてもよい。

【0041】本発明は更にまた、同時に好ましく用いられる他の装置にも関するが、これは以下においてより詳細に説明し、そして添付の図1及び図2、並びに以下にあげる諸実施例の記述によってよりよく理解されるであろう。

【0042】図1は本発明の方法において用いるのに適した押出し装置の図式断面図である。

【0043】本発明に従う、キシリトールに基づく直接

圧縮可能な粉末組成物を製造するために以下にあげる方法又はそれと等化の方法が用いられる。

【0044】本発明に従う方法による押出し処理を受ける出発物質は例えば90重量%のキシリトール粉末と10重量%のソルビトール粉末とからなる。

【0045】実際においてはこの技術分野において通常的に用いられる技術により得られる結晶化されたキシリトール及びソルビトールが用いられる。

【0046】押出し装置は有利にはダブルスクリュウ型の押出し装置よりなり、これは図1に示すように

○供給用手段、特に供給ホッパー1、

○図示されていない機構によって回転される特に窒化鋼のハウジング3の内部の無端のダブルスクリュウ系2よりなる混合装置M、

○異なった形状の1つ以上の押出しダイス4を含む出口、

○例えば電気抵抗や誘導的に、又は水蒸気により運転される加熱系によって形成される加熱手段と、及びハウジングの外部又は内部に設けられていて、例えばハウジング内に存在する冷却コイル及び／又はスクリュウ内部の冷却用流体の循環よりなる図示されていない冷却手段とからなる、混合帯域の温度を制御するための熱制御手段5、を含む。

【0047】供給系からその混合帯域中に導入される出発物質はスクリュウの回転に際しての圧縮によって剪断力と強力な機械的摩擦とを受け、そして同時にその用いた加熱手段によりもたらされる加熱を受ける。従って押出しは熱機械的な処理よりなる。

【0048】CLEXTRAL Company 社により「BC 82」の商品名で市販されているダブルスクリュウ型の押出し機を用いて良好な結果が得られたことに注目すべきである。それら2本のスクリュウは互いに緊密に噛みあっており、そして同じ回転方向に回転する。その混合帯域は誘導加熱により加熱され、又はコイル内部の冷却用流体の循環によって冷却されてそれにより温度は容易に制御することができる。

【0049】この加熱方法の主な利点は実際に使用する場合の運転の柔軟性、及び単純な制御ループ（その冷却手段の誘導による加熱手段の熱電対／制御装置）による制御の容易さである。

【0050】この例で用いる装置は直径5 mm の4個の円筒形押出しダイスを含む。

【0051】加熱帯域の温度はその制御系に予め定められた値を与えることによって得られる。この押出し装置の場合にはこの値は75℃から110℃まで、好ましくは80ないし105℃である。

【0052】両スクリュウの機械的特性及びそれらの回転速度は加熱帯域内部の出発物質の滞留時間が5ないし300秒となるように選ばれる。

【0053】これら全てのパラメータを選ぶことによ

て処理を受けた出発物質の温度はダイスの内部でこれから排出されるに先立って70ないし110℃になる。

【0054】押出し装置からの出口のところで得られるそのキシリトールに基づく押し出された混合物は次いで順に続いて冷却、粉碎及び分級にかける。

【0055】本発明のもう一つの特徴によれば、本発明の粉末組成物は菓子、そして中でもチューインガム型の菓子のための甘味付与剤として特に適していることが見出されている。

【0056】チューインガムを工業的に製造する場合に製造業者が直面する問題の一つは基礎ガム物質とその加工された甘味付与充填物との塊の「機械加工性」の欠如である。この塊は通常は40-50℃の温度において取り扱われる。この塊がこの温度においてチューインガムの全ての成分（基礎ガム物質、甘味付与充填物、香料、着色物質等）を均一に混合することができると十分に柔らかいけれども混合過程、成形過程及び切断過程の各段階において粘着の問題を避けるために過度に柔軟ではないということが重要である。

【0057】甘味付与充填物はその加工される塊の粘度に重要な影響を及ぼす。例えば、もし甘味付与充填物が粉末である場合に高い温度における良好な硬さはその粒度が非常に微細である場合に達成できることが知られている。このような微細な粉末の欠点はそれらが非常に高い吸湿性を有し、その結果それらは貯蔵の間に互いに固結する傾向を有するというものである。

【0058】驚くべきことにかつ予期しないことに、本発明に従う組成物は温かな状態においても冷たい状態においても非常に微細な粒度を必要とすることなく非常に良好な硬さを有するチューインガムを得ることができることが見出されている。その上にこのようなチューインガムの官能試験的品質は完全に満足なものである。

【0059】すなわち本発明はまたキシリトールに基づく本発明に従う粉末組成物をチューインガムの型の菓子において甘味付与充填材として使用する方法、並びにそのようにして得られる菓子製品にも関する。

【0060】キシリトールの非常に甘い味、口中での冷たい味覚効果、及び静電的効果はチューインガムの型の菓子にこの生成物を使用することに対して特に評価される性質である。

【0061】

【実施例】以下にあげる諸例は本発明に従う粉末組成物と従来技術に従って作り出されたか、又は本出願人の会社によって比較の目的で作られた直接圧縮用のキシリトールに基づく生成物との間の重大な差異、及び上記粉末組成物をチューインガム型の菓子に使用することによって得られる諸利点を示す。

【0062】圧縮のもとでの使用に関する例これらの例において下記が用いられる：

○それぞれ参照符号a、b、c、d及びeで示した本発

明に従う粉末組成物の5つの異なった試料、

○CULTOR Company 社によって市販されている参照符号 f で示した XYLITOL DC の試料、

○乾燥物質として 99 重量%の最低化学純度を有する、参照符号 g で示した押出しキシリトール粉末の試料、

○乾燥物質として 99 重量%の最低化学純度を有する R OQUETTE Company 社から市販されている、参照符号 h で示した粉末キシリトールの試料、

○それぞれ乾燥物質として 99 %及び 96 %の化学純度を有し、キシリトール粉末とソルビトール粉末とを乾燥状態で混合した ROQUETTE Company 社から市販されている、キシリトール粉末とソルビトール粉末とを含む粉末混合物の、キシリトール/ソルビトールの重量比がそれぞれ 50/50、90/10、及び 95/5 である、参照符号 i、k 及び l で示した3種類の試料、

○ヨーロッパ特許出願 EP 0,305,356 に記述されている方法に従い、約 100℃の温度において 300 g の熔融キシリトールを結晶化キシリトール 700 g と混合することによって作られた圧縮可能キシリトールの、参照符号 j で示した試料、及び

○それぞれ別個に押し出され、次いで乾燥状態において一緒に混合されたキシリトールとソルビトールとからなり、そのキシリトールとソルビトールとの最低化学純度がそれぞれ乾燥物質として 99 %及び 96 %であって、その際そのキシリトール/ソルビトールの重量比がそれぞれ 90/10 及び 98/2 である、参照符号 m 及び n で示した粉末混合物の2種類の試料。

【0063】 f ないし j の5つの試料は従来技術に属するものであり、そして k ないし n の4つの試料は比較の目的で出願人によって選ばれ、かつ作り出されたものであった。

1. 本発明に従う5つの試料 a ないし e の調製
a ないし c の3つの試料については選ばれた添加物は商標 NEOSORB P60 (登録商標)のもとに出願人の会社によって作られた型のソルビトールである。このソルビトールの量は試料 a、b 及び c についてはそれぞれその組成物の重量に対して 10、5 及び 2 重量%である。試料 d についてはその選んだ添加物は組成物の重量に対して 10 重量%の割合で存在する粉末状マルチトールである。

【0064】最後に、試料 e についてはその選んだ添加物は全組成物に対して 10 重量%の割合で存在するが、これは澱粉の酵素による加水分解によって得られたマルトデキストリンよりなり、そしてデキストロース当量 (D、E、と略記するが、これは乾燥生成物 100 g に対するデキストロースとして表わした還元糖の g 数である) が 12 のものであり、GLUCIDEX 12 (登録商標)のもとに出願人の会社から市販されているものである。

【0065】試料 a ないし e のそれぞれにおいて用いたキシリトールは水中で結晶化させて得られたもので、固型分含有量について最低で 99 重量%のキシリトールを

含有するものである。

【0066】試料 a ないし e はキシリトールと添加物との均一粉末混合物を上記したそれぞれの割合で押出し機中に導入することによって作られる。用いた押出し機は上述の型のもの、すなわち CLESTRAL Company 社の「BC 82」のものである。

【0067】各スクリーンの速度はその装置の生産率が 200 kg/hr であり、かつその出発物質がこの装置を通してのに要する時間が約 30 秒となるようにコントロールされる。

【0068】この加熱系の予め定められた温度はその添加物の性質と量とに従って変化して 85℃から 110℃までの値にプログラムされる。

【0069】試料 a ないし e については選んだ温度は下記のとおりでである：

試料 a 90℃

試料 b 92℃

試料 c 93℃

試料 d 90℃

20 試料 e 92℃

押出し機からの出口のところで、かつ冷却された後でそのキシリトール/添加物の共押出しされた混合物は小さな棒状の形のものであるが、これをハンマーミルで粉碎する。

【0070】篩分で残留するフラクションは 50 ミクロン以上の粒度を有し、より一般的には 100 ミクロン以上の粒度を有する。

2. 試験

試験した各試料 a ないし n のそれぞれについて 400 ミクロンから 900 ミクロンまでの平均粒度が選ばれた。

【0071】"Chem. Eng.", 72, No. 163, 168 (1985) 及び "Chem. Eng.", 72, No. 2, 69-73 (1985) に R. L. CARR によって記述された CARR 法を用いてそれら粉末 a ないし n の流動指数及び密度を測定する。この試験に用いた装置は大阪 (日本) の MICROMERITICS 社によって製造されて HOSOKAWA POWDER TESTER の商標のもとに知られているものである。

【0072】更に、粉末組成物 a ないし m の若干のものの破碎性を測定する。この性質は破碎性測定装置中で粉碎に抵抗しなかった粒子の%割合によって特徴づけられるものである。この場合には ERWEKA TA の商標の装置を用いた。この装置はそれぞれ 18.87 g の重量の直径 1.7cm の5個の個別の鋼球を含んでいる。試験粉末の 400 ないし 500 ミクロンのフラクション部分の 15 g を装入し、そしてこの装置を1分間当たり 25 回転の速度で 15 分間回転させる。この粉碎操作の最後に 351 ミクロンのメッシュを有する篩の上に残留する部分の%で表わした割合を秤量により求める。破碎性はこの値が 100 g になるまでに要する量に相当する。そのようにして得られた数値が大きければ大きい程破碎性は大き

い。

【0073】次にこれらの試料の圧縮性を上に定義した試験法Aにより決定する。

【0074】試験法Aによる圧縮性の各測定の結果及び*

*試験した各試料の平均粒度、流動指数及び破碎性の値を下記の表1にまとめて示す。

【0075】

【表1】

表

	本発明の試料					従来技術の試料					比較試料				
	a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m	n	
キシリトールをベースとする 粉末組成物名	90	95	98	90	90	98	100	100	50	100	90	95	90	98	
キシリトール含量															
平均粒度 (ミクロン)	700	750	810	820	840	410	675	700	650	480	680	690	700	810	
粉末密度	0.720	0.760	0.809	0.771	0.746					0.730			0.30		
水分含量 (%)	0.40	0.30	0.25	0.30	0.60	0.30									
流動指数 (CARR)	75以上														
破碎性 (%)	63	71	82	78	80	93							80		
圧縮性 (破壊抵抗性) (M、d = 1.35)	144	130	83	89	102	49	40	15	65	65	25	25	53	48	

表1は本発明に従う粉末組成物が常に70Nよりも大きい、実質的に高められた圧縮性又は対粉碎抵抗性を有することを示している。比較のために、KULTORCompany社のXYLITOL DCよりなりかつヨーロッパ特許出願第0,329,977に記述されかつ特許請求されている試料に従う

50 試料fは僅かに49Nの圧縮性しか示さず、これは本発明に従う試料のそれ(144N)よりも3倍も小さな値である。同様なことはヨーロッパ特許出願第0,305,536号に記述されているキシリトールに相当する試料jにも当てはまる。

【0076】このような極めて大きな差異は本発明に従う粉末組成物の圧縮のもとでの性能の驚くべき、かつ予期しない特徴を明らかに示すものである。

【0077】キシリトールとソルビトールとの50/50の乾燥混合物から得られた試料iの組成物、すなわち上述したフランス特許出願第2,336,123号に特許請求されている特性に対応する組成物の圧縮性が65Nの値にしか達せず、すなわち実質的に83Nよりも下であって本発明に従う組成物の144Nを持ち出すまでもないことも注目すべきである。この欠点に加えて、50%のソルビトールは極めて高いソルビトールの割合であり、そして対応的にその存在するキシリトールの割合を低下させるものであって、キシリトールを消費したときの有利な種々の性質から全ての利点が得られるのを妨げるということが更に加わる。

【0078】上記表1は本発明に従う粉末組成物が従来技術の粉末及びそれら比較用粉末と比べて破砕性について有利に改善されていることをも示す。

【0079】本発明に従う各組成物の直接圧縮のもとでの性能を従来技術の組成物のそれと比較した改善をよりグラフ的に示すように、添付の第2図は、試料a、c、f、g、h、i、k及びmのそれぞれについてNで表わした圧縮性の、g/mlで表わした錠剤の密度又は見かけ体積重量の関数としての変化を示すグラフを含んでいる。

【0080】種々異なった密度の錠剤を上記述したと同じ方法によつてAM. FROGERAIS往復動プレス機械を用いて製造する。それら錠剤の異なった密度は錠剤を作るのに用いた粉末の重量を変化させることによって得られる。この量が大きければ大きい程錠剤の密度は高くなり、そして与えられた直径の錠剤を得るために必要な圧縮力は大きくなる。

【0081】第2図に基づいて本発明の組成物a及びcの圧縮性は錠剤の密度がいかなる値であっても常に従来技術の組成物f、g、h、i及びj並びに比較用組成物k、mのその実質的に上方にあるということが見出される。

【0082】第2図はまた、それぞれ90/10及び98/2のキシリトール／ソルビトールの比率を有する本発明の試料a及びcが、押し出された結晶化キシリトール（試料g）及び水中で結晶化させたキシリトール（試料h）よりもより容易に圧縮されることも示している。

【0083】試料a及びf、すなわちそれぞれ本発明に*

基礎ガム物質（DREYFUS社の基礎ガム34/40）	33重量%
甘味付与充填材	65重量%
レシチン（LUCAS MEYER社のMc Thin AF1）	0.5重量%
薄荷香料	1.5重量%

方法

○上記基礎ガム物質を40-50℃に予熱して混練機中に投入する。2分間混練する。

*従う共押し出されたキシリトール／ソルビトール比が90/10である組成物及びKULTOR Company社のキシリトール／ソルビトールの比率が98/2であるXYLITOL DCの、ヨーロッパ特許出願EP329,977に従う組成物（ソルビトールはキシリトール粉末に水性シロップの形で加えられている）の特性的グラフを比較するならば、本発明の組成物の圧縮率とその錠剤の比重がいかなる値であっても実質的に優れている。

【0084】ソルビトールが両方の場合にキシリトールと組み合わせて用いられていたことを考えるならば、そのような性能の改善を予想させるものはなんら存在しなかった。

【0085】フランス特許出願FR 2,336,123号に従うキシリトール／ソルビトールの50/50の割合を有する押し出し処理されたものでない混合物（試料i）、及びこれが90/10の割合である混合物（比較試料k）に関しては曲線aと曲線i及びkとの間の差異は再び本発明に従う組成物の極めて有利な特性を示している。キシリトール／ソルビトールの重量比において本発明に従う試料と等価の試料kについてさえ後者の圧縮率の優れていることが曲線aとkとを比較して明らかである。

【0086】個別に押し出された90%のキシリトールと10%のソルビトールとを含む比較試料mについて得られた曲線mはこの試料の、本発明の試料aないしcに比しての低い圧縮率を示している。圧縮性は個別に押し出されたキシリトールとソルビトールとを単純に混合しただけでは改善できない。従つて、たといこの溶液が従来技術において記述されていたとしてもこれが当業者に、キシリトールに満足な圧縮性を与えるのに押し出しを用い、ましてや共押し出しを用いることが有効であると言う示唆を与えるものではまったくない。それゆえ、本発明に到達するためにこの段階を踏んだということはまったく本出願人の功績である。

【0087】チューインガム型の菓子における使用の例この例は公知の粉末状キシリトール（水中で結晶化させた）の試料gを用いて作られた蔗糖を含まないチューインガムの固さ及び官能試験的品質を本発明に従う粉末組成物と比較するために提供した。

【0088】これら粉末a及びgの粒度は同一である。それらは160ミクロンよりも大きな粒子をまったく含まない。

チューインガムの組成

○粉末状甘味付与充填材及び香料物質の半量を加えて3分間混練する。

50 ○レシチンを加えて1分間混練する。

○甘味付与充填材の残部を加えて4分間混練する。

結果

これらのチューインガムの製造の後、与えられた貯蔵時間の後で異なった温度におけるそれらチューインガムの硬さ及び 20℃の温度において種々異なった貯蔵時間の*

測定条件	試料gによるガム	本発明の試料によるガム
45℃	1.82	3.00
35℃	6.57	8.82
24℃	20.54	24.96
20℃で1日後	23.65	26.60
20℃で15日後	25.67	30.05

この表は本発明に従う組成物が従来技術の試料gを用いて得られたものよりも加熱時にチューインガムに対してより大きな硬さを与えることを明らかに示している。

【0091】すなわち本発明に従う試料を含むチューインガムはより容易に製造することができる。そのように処理された塊の機械加工性は実質的に改善され、そして装置への粘着の問題は容易に防止される。

【0092】「冷時」(20℃)における硬さについては試料aを含むチューインガムも試料gを用いて作ったチューインガムより高い硬さを有するけれども、この硬さは受容できる限度内にとどまっている。

【0093】これら2つの型のチューインガムの硬さがこの20℃の温度において貯蔵する間に実質的に同じ態様で変化することも見出される。

【0094】得られたチューインガムの外観及び構造に関しては、試料aを用いて作ったチューインガムは従来技術の試料gを用いて作ったものよりもより均質で結合した構造を有し、かつより白色であることが見出される。

【0095】最後に、官能試験的性質に関してはa型のチューインガムとg型のチューインガムとは匹敵するものであったけれども甘味作用はa型のチューインガ

*後の硬さを INSTRON 型の装置により針侵入度法によって測定した。

【0089】結果を下記の表に示す。

【0090】

ムにおいてより長続きする。

【0096】本発明に従う粉末組成物を用いる種々の利点は以上にあげた諸例から明らかにみられるであろう。

【0097】本発明がより特定のと考えられる実用例及び具体例の態様に決して限定されるものではなくて実際に全ての変形態様をカバーするものであるということは上の記述より理解されるべきであり、また明らかである。

【図面の簡単な説明】

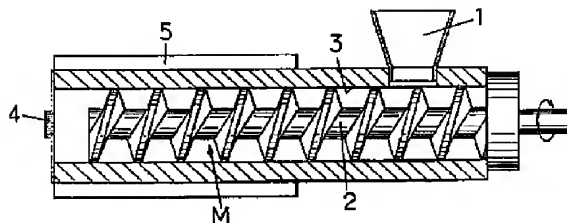
【図1】本発明の方法において用いるのに適した押出し装置の図式断面図である。

【図2】チューインガムについての硬さ[シュロイニガー硬度(N): Schleuniger Hardness]と密度(錠剤密度: Tablets Density)との関係に対する本発明の粉末組成物と従来技術の粉末組成物との添加の効果の差異を示すグラフである。

【符号の説明】

- 1 供給ポッパー
- 2 無端ダブルスクリー系
- 3 ハウジング
- 4 押出しダイス
- 5 熱制御手段

【図1】



【図2】

